

**NAFTASAADUSED JA VANAÕLI
PCB-de JA SARNASTE SAADUSTE
MÄÄRAMINE**

**Osa 1: Valitud PCB homoloogide
gaasikromatograafiline (GC) lahutamine
ja määramine elektronihaarde-detektori
kasutamisel**

Petroleum products and used oils

Determination of PCBs and related products

**Part 1: Separation and determination of selected
PCB congeners by gas chromatography (GC)
using an electron capture detector (ECD)**

EESTI STANDARDI EESSÕNA

Käesolev Eesti standard on Euroopa standardi EN 12766-1:2000 “Petroleum products and used oils – Determination of PCBs and related products – Part 1: Separation and determination of selected PCB congeners by gas chromatography (GC) using an electron capture detector (ECD)” ingliskeelse teksti identne tõlge eesti keelde.

Töö teostajaks oli AS EcoPro Keskkonnaministeeriumi tellimisel.

Euroopa standard EN 12766-1:2000 on kasutusele võetud Eesti standardina EVS-EN 12766-1:2005, mis on kinnitatud Standardikeskuse 25.05.2005 käskkirjaga nr 61.

Standard EVS-EN 12766-1:2005 asendab jõustumisteatega vastuvõetud ingliskeelset Eesti standardit EVS-EN 12766-1:2000.

This standard contains an Estonian translation of the English version of the European Standard EN 12766-1:2000 “Petroleum products and used oils – Determination of PCBs and related products – Part 1: Separation and determination of selected PCB congeners by gas chromatography (GC) using an electron capture detector (ECD)”. The European Standard EN 12766-1:2000 has the status of an Estonian National Standard

**Petroleum products and used oils – Determination of PCBs
and related products – Part 1: Separation and determination
of selected PCB congeners by gas chromatography (GC)
using an electron capture detector (ECD)**

Produits pétroliers et huiles usagées – Détermination
des PCBs et produits connexes – Partie 1:
Séparation et dosage d'une sélection de congénères
de PCB par chromatographie en phase gazeuse (CG)
avec utilisation d'un détecteur à capture d'électrons
(ECD)

Mineralölerzeugnisse und Gebrauchtöle – Bestimmung von
PCBs und verwandten Produkten – Teil 1: Trennung und
Bestimmung von ausgewählten PCB Congeneren mittels
Gaschromatographie (GC) unter Verwendung eines
Elektroneneinfang-Detektors (ECD)

This European Standard was approved by CEN on 20 January 2000.

CEN members are bound to comply with the CEN/CENELEC Internal Regulations which stipulate the conditions for giving this European Standard the status of a national standard without any alteration. Up-to-date lists and bibliographical references concerning such national standards may be obtained on application to the Central Secretariat or to any CEN member.

This European Standard exists in three official versions (English, French, German). A version in any other language made by translation under the responsibility of a CEN member into its own language and notified to the Central Secretariat has the same status as the official versions.

CEN members are the national standards bodies of Austria, Belgium, Czech Republic, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland and United Kingdom.

CEN

EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

Central Secretariat: rue de Stassart, 36 B-1050 Brussels

SISUKORD

1	KÄSITLUSALA	5
2	NORMATIIVVIITED	6
3	TERMINID JA MÄÄRATLUSED	6
4	MEETODI PÕHIMÕTE	7
5	REAKTIIVID JA MATERJALID	8
5.1	Üldised tingimused	8
5.2	Reaktiivid ja materjalid proovi ettevalmistamiseks (puhastamis- ehk <i>clean up</i> -protseduur)	8
5.3	Reaktiivid ja materjalid GC analüüsi jaoks	9
5.4	Standardid	9
6	SEADMED	10
6.1	Üldised tingimused	10
6.2	Gaasikromatograaf	10
6.3	Kolonnid	10
7	PROOVI VÕTMINE JA ETTEVALMISTAMINE	11
8	PUHASTAMISPROTSEDUUR	11
8.1	Üldised tingimused	11
8.2	Silikageel/väävelhappe lahutussegu valmistamine	12
8.3	Kombineeritud benseensulfoonhappe/väävelhappekolonni ettevalmistamine ..	12
8.4	Katselahuse valmistamine	13
9	GAASIKROMATOGRAAFILISE ANALÜÜSI TINGIMUSED	14
9.1	Gaasikromatograafi ülesseadmine	14
9.2	Injektorid (sisestusseadmed)	14
9.3	Termostaadi temperatuuri programmeerimine	14
9.4	Kandegaasi voolukiirus	15
9.5	Elektronihaarde-detektori režiimid	15
10	INSTRUMENTAALANALÜÜSI SOORITUSE KONTROLLIMINE	15
10.1	Üldised tingimused	15
10.2	Tundlikkuse kontroll	15
10.3	Lineaarsuse kontroll	15
10.4	Lahutusvõime kontroll	17
10.5	Pimekatse	17
11	KALIIBRIMINE	17
12	MÄÄRAMINE	18
13	ARVUTAMINE	19

14	TULEMUSTE ESITAMINE	19
15	TULEMUSTE TÄPSUS	19
15.1	Korduvus	19
15.2	Korratavus (reprodutseeritavus).....	20
16	KATSEARUANNE	20
Lisa A (normatiivlisa)	PCB piikide identifitseerimine	21
A.1	Tehniliste PCB segude analüüsimisel saadud piikide identifitseerimine.....	21
A.2	Kaliibrimisstandardi lahuse (vt jaotis 11) piikide identifitseerimine.....	22
A.3	<i>Aroclori</i> katsesegu lahuse (5.4.6) PCB piikide identifitseerimine.....	23
A.4	PCB ühendite elueerumisjärjestus.....	26
Lisa B (normatiivlisa)	Alternatiivsed ja täiendavad puhastamismeetodid	29
B.1	Alternatiivne puhastamisprotseduur.....	29
B.1.1	Põhimõte	29
B.1.2	Seadmed	29
B.1.3	Reaktiivid ja materjalid	29
B.1.4	Proovi puhastamine aluselise alumiiniumoksiidiga	30
B.1.5	Proovi fraktsioonimine silikageeliga.....	30
B.2	Töötlemine väävelhappega.....	32
B.3	Töötlemine vasega	33
B.4	Väävli eemaldamine mittedestruktiivsel meetodil	33
B.4.1	TBA-sulfiti reaktiivid.....	33
B.4.2	Väävli kõrvaldamine	33
B.5	Töötlemine termošokiga.....	33
B.5.1	Üldist.....	33
B.5.2	Seadmed	33
B.5.3	Töökäik	34
Lisa C (teatmelisa)	PCB ühendite süstemaatiline numeratsioon.....	35
Lisa D (teatmelisa)	Kaubaartiklite nimetused ja tootjafirmad.....	37
D.1	Kaubanduslikud PCB tooted.....	37
D.2	Sobivad gaasikromatograafikolonnid.....	37
D.3	Sobivad kaliibrimisstandardid.....	37
Lisa E (teatmelisa)	TCBT ühendite määramine.....	38

EESSÕNA

Käesoleva standardi EN 12766-1 valmistas ette tehniline komitee CEN/TC 19 “Naftasaadused, määrdeained ja sarnased saadused”, mille sekretariaati haldab NNI.

Käesolevale Euroopa standardile tuleb anda rahvusstandardi staatus kas identse tõlke või jõustumisteate avaldamisega hiljemalt septembriks 2000 ja sellega vastuolus olevad rahvusstandardid peavad olema kehtetuks tunnistatud hiljemalt septembriks 2000.

Vastavalt CEN/CENELC-i sisereeglitele peavad käesoleva Euroopa standardi kasutusele võtma järgmiste riikide rahvuslikud standardiorganisatsioonid: Austria, Belgia, Hispaania, Holland, Iirimaa, Island, Itaalia, Kreeka, Luksemburg, Norra, Portugal, Prantsusmaa, Rootsi, Saksamaa, Soome, Šveits, Taani, Tšehhi Vabariik ja Ühendkuningriik.

Lisad A ja B on normatiivlisad; lisad C, D ja E on teatmelisad.

Käesolev standard on üks osa allpool loetletud standarditest.

EN 12766 *Petroleum products and used oils – Determination of PCBs¹⁾ and related products*

Part 1: Separation and determination of selected PCB congeners by gas chromatography (GC) using an electron capture detector (ECD)

Part 2: Quantification of PCB content in analyzed samples²⁾

Part 3: Determination and calculation of PCB related products³⁾

¹⁾ PCB on määratletud Nõukogu direktiivis 96/59/EC 1996-09-16, mis käsitleb polüklooritud bifenüülide ja polüklooritud terfenüülide kõrvaldamist. Definiitsioon hõlmab kaubamärgi “Ugilec” alla kuuluvaid PCB, PCT ja PCBT (polüklooritud bensüültolueenid) ühendeid.

²⁾ EN 12766 osa 2 on väljatöötamisel.

³⁾ EN 12766 osa 3 on väljatöötamisel.

NAFTASAADUSED JA VANAÕLI

PCB-de JA SARNASTE SAADUSTE MÄÄRAMINE

Osa 1: Valitud PCB homoloogide gaasikromatograafiline (GC) lahutamine ja määramine elektronihaarde-detektori kasutamisel

Petroleum products and used oils

Determination of PCBs and related products

Part 1: Separation and determination of selected PCB congeners by gas chromatography (GC) using an electron capture detector (ECD)

Käesolev standard on identne Euroopa standardiga EN 12766-1:2000 ja see on välja antud CEN-i loal. Euroopa standard EN 12766-1:2000 on võetud kasutusele Eesti standardina	This standard is identical with European Standard EN 12766-1:2000 and it is published with permission of CEN. The European Standard EN 12766-1:2000 has the status of an Estonian National Standard
---	--

Tõlgendamise erimeelsuste korral on kehtiv ingliskeelne tekst	In case of interpretation disputes the English text applies
---	---

1 KÄSITLUSALA

Käesolev standard käsitleb meetodit kuni 12 üksikühendi või piiritletud lahutamata väikeste gruppide polüklooritud bifenüüli (PCB) homoloogide määramiseks naftasaadustes ja sarnastes materjalides spetsiifilise gaasikromatograafilise lahutamise teel. Gaasikromatograafilist lahutamist kasutatakse ka mitmesuguste kvantitatiivsete menetluste korral, mida on kirjeldatud käesoleva standardi osas 2.

Standardikohane meetod sobib kasutamata, kasutatud ja käideldud (nt dekllooritud) naftasaaduste, s.h määride analüüsiks, aga ka naftatoodete ja sünteetilistele määride analüüsiks, mis on saadud muudest materjalidest, näiteks jäätmetest.

Märkus 1. Nominaalne rakenduspiirkond sõltub täpsusest, alampiir üksikühendi määramiseks on umbes 0,2 mg/kg.

Märkus 2. Antud standardis kasutatakse tähistusi “% (V/V)” ja “% (m/m)” vastavalt mahu- ja massiprotsendi väljendamiseks.

Standard ei ole kasutatav isoleervedelike korral, mispuhul rakendatakse teistsugust meetodit (EN 61619). Sõltuvalt kehtivatest õigusaktidest võib olla vajalik määrata kas PCB ühendite üldsisaldust või üksikhomolooge. Standardis EN 61619 toodud meetodit võib kasutada alternatiivse meetodina PCB üldsisalduse määramiseks

puhastamismenetluse rakendamisel vastavalt käesoleva standardi jaotises 8 kirjeldatule.

HOIATUS. Standardikohane analüüs võib nõuda ohtlikke materjale, menetlusi ja seadmeid. Käesoleva standardi eesmärgiks ei ole tähelepanu juhtimine kõigile ohutusprobleemidele, mis on seotud selle meetodi kasutamisega. Enne meetodi rakendamist lasub standardi kasutajal vastutus asjakohaste tööohutuse- ja tervisekaitsemeetmete kehtestamise eest, samuti peab ta kontrollima töötingimuste vastavust seadusjärgsetele piirangutele.

2 NORMATIIVVIITED

Käesolev standard sisaldab dateeritud ja dateerimata viidete abil muude väljaannete sätteid. Need normatiivviited on osundatud teksti sobivates kohtades ning väljaanded on loetletud allpool. Dateeritud viidete hilisemad muudatused ja uued väljaanded rakenduvad selles standardis ainult muudatuste ja uusväljaande kaudu. Dateerimata viidete korral kehtib kõige hilisem väljaanne.

EN ISO 3696 Water for analytical laboratory use – Specification and test methods (ISO 3696:1987)

EN ISO 3170 Petroleum liquids – Manual sampling (ISO 3170:1988, kaasaarvatud muudatus 1:1998)

EN ISO 3171 Petroleum liquids – Automatic pipeline sampling (ISO 3171:1988)

3 TERMINID JA MÄÄRATLUSED

Käesoleva standardi osas 1 kehtivad järgmised määratlused.

3.1

polüklooritud bifenüül (PCB)

bifenüül, mis sisaldab asendajana üks kuni 10 klooriaatomit

Märkus. Juriidilistel eesmärkidel võib ühe, kahe või kümne klooriaatomiga homoloogid sellest määratlusest välja jätta.

3.2

homoloog

kõik bifenüüli klooriderivaadid, sõltumata klooriaatomite arvust

Märkus. On olemas 209 võimalikku homoloogi. Homoloogide numbrid (vt lisa C) on toodud identifitseerimise hõlbustamiseks, nad ei esinda kromatograafilise elueerumise järjestust.